

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **07-238233**

(43)Date of publication of application : **12.09.1995**

---

(51)Int.Cl.

**C09C 3/06**

---

(21)Application number : **06-052996**

(71)Applicant : **TODA KOGYO CORP**

(22)Date of filing : **25.02.1994**

(72)Inventor : **AOKI ISATAKA  
MISAWA HIROMITSU  
OKANO YOJI  
YOSHIZAWA MINORU  
UCHIDA NAOKI  
FUJIOKA KAZUO**

---

## **(54) IRON OXIDE PARTICLE POWDER AND ITS PRODUCTION**

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain iron oxide particle powder having low oil-absorption and excellent initial dispersibility and suitable as a coloring pigment for coating material, ink and resin.

**CONSTITUTION:** This iron oxide particle powder is composed of particulate iron oxide having an area mean particle diameter of 0.1-1.0 $\mu$ m and having 0.1-10wt.% of non-magnetic iron oxide fine particles or non-magnetic hydrated iron oxide fine particles firmly attached to the surface of the particle. It can be produced by adding 0.1-12 pts.wt. of non-magnetic iron oxide fine particles or non-magnetic hydrated iron oxide fine particles to 100 pts.wt. of iron oxide particles having an area mean particle diameter of 0.1-1.0 $\mu$ m and kneading the mixture under compressive shearing force using a wheel-type kneader or a grinder or squeezing with a spatula.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.06.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration] abandonment

[Date of final disposal for application] 06.09.2000

{Patent number}

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-238233

(43) 公開日 平成7年(1995)9月12日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 0 9 C 3/06

識別記号  
P B S

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-52996

(22) 出願日 平成6年(1994)2月25日

(71) 出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市西区横川新町7番1号

(72) 発明者 青木 功荘

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 三澤 浩光

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 岡野 洋司

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化鉄粒子粉末及びその製造法

(57) 【要約】

【目的】 塗料用、インキ用、樹脂用の着色顔料として好適である吸油量が小さいと共に初期分散性に優れている酸化鉄粒子粉末を提供する。

【構成】 粒子表面に非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が0.1～10重量%固着している面積平均径が0.1～1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子からなる酸化鉄粒子粉末は、面積平均径が0.1～1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子100重量部に対して、0.1～12重量部の非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性含水酸化鉄微粒子粉末を存在させ、ホイール型混練機またはらいかい機を用いて圧縮せん断及びへらなですることにより得られる。

(2)

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子表面に非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が0.1～10重量%固着している面積平均径が0.1～1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子からなる酸化鉄粒子粉末。

【請求項2】 面積平均径が0.1～1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子粉末100重量部に対して、0.1～12重量部の非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性含水酸化鉄微粒子粉末を存在させ、ホイール型混練機またはらいかい機を用いて圧縮、せん断及びへらなですることにより、請求項1記載の粒状酸化鉄粒子を得ることを特徴とする酸化鉄粒子粉末の製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、塗料用、インキ用、樹脂用の着色顔料として好適である吸油量が小さいと共に初期分散性が優れている酸化鉄粒子粉末およびその製造法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、粒状酸化鉄粒子粉末は、ヘマタイト( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)粒子が赤紫～暗紫色、マグヘマイト( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)粒子が茶褐色、マグネタイト(FeO $\cdot$ x $\cdot$ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、0<x $\leq$ 1)粒子が黒色を呈するのでビヒクル中に分散させたり又は樹脂と混練することにより、塗料用、インキ用、樹脂用の着色顔料として広く汎用されている。

【0003】近時、省エネルギー時代における作業能率の向上並びに塗膜特性の改良という観点から、塗料の製造に際して、酸化鉄粒子粉末のビヒクル中への分散性が、益々、要望されている。

【0004】塗料の製造に際して、顔料粉末のビヒクル中への分散性が良好であるか否かは、塗料の製造工程における作業能率を左右するとともに、塗膜の諸特性を決定する極めて重要な因子となる。

【0005】このことは、例えば、色材協会誌49巻第1号(1976年)の第8頁「……塗膜の具備すべき諸特性は一口に言って、同一顔料であれば塗膜中における顔料の分散性により、その大部分が決定されるといっても過言ではないように思われる。塗膜中の顔料の分散性が良好であれば、色調は鮮明となり、着色力、いんべい力等の顔料本来の基本的性質も向上することは理論の教えるところである。また塗膜の光沢、鮮映性、機械的性質、塗膜の耐透気性などが良好となり、これは塗膜の耐久性を向上させる結果となる。このように塗膜中の顔料の分散性は塗膜の諸物性を決定するきわめて大事な要因であることが理解できる。……」なる記載の通りである。

【0006】ビヒクル中又は樹脂中への粒状酸化鉄粒子の分散過程を観察すると、粒子の種類により様々の分散過程を採り、最終的に到達する分散の程度が同一であ

2

ても、その分散の履歴が相違すると塗膜特性や樹脂の表面性に大きく影響する。

【0007】即ち、吸油量は粒状酸化鉄粒子のあまに油へのなじみやすさを意味し、吸油量が小さい程、最終的に到達する分散性が改良される為、着色力等の塗膜特性が改良されるが、吸油量が小さくても初期分散が悪い場合には、粒子の凝集がほぐれにくいことに起因して、分散力の弱い機械により塗料化したり、分散処理時間が短い場合、粒状酸化鉄粒子が大きな凝集体のままで最後まで残存し、着色力等が低下する原因となる。

【0008】そこで、粒状酸化鉄粒子粉末としては、吸油量が小さいと共に初期分散性が優れていることが要求されている。そして、近時の省エネルギー時代における作業能率の向上という点からも初期分散性の改良は強く要求されている。

【0009】従来、粒状酸化鉄粒子の分散性を改良するために、粒子表面を有機、無機の各種化合物で被覆する方法が種々行われており、例えば、①酸化第二鉄顔料に水酸化第二鉄又は水和酸化第二鉄を混合する方法(特開昭51-124124号公報)、②無機質顔料粒子の表面に金属水酸化物を沈着させ、この表面に高級脂肪酸を結合させる方法(特開昭52-37930号公報)、③ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子の表面に水酸化第二鉄で処理し、更にその表面にシランカップリング剤を処理する方法(特開昭55-94968号公報)、等が知られている。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】吸油量が小さいと共に初期分散性に優れた酸化鉄粒子粉末は、現在最も要求されているところであるが、前出公知の酸化鉄粒子粉末は、これら諸特性を充分満たすものとは言い難いものである。

【0011】即ち、前出公知の①の方法は、酸化第二鉄顔料表面に、水酸化第二鉄又は水和酸化第二鉄をアモルファス状態で層状に付着させたものであり、後出比較例に示す通り、吸油量や初期分散は不十分である。

【0012】前出公知の②の方法は、無機質顔料粒子の粒子表面に金属水酸化物を層状に沈着させて、その表面に被覆する高級脂肪酸との親和性を改良するものである。

【0013】前出公知の③の方法も同様に水酸化第二鉄を層状に生成させ、その表面に被覆されるシランカップリング剤との親和性を改良するものである。

【0014】そこで、本発明は、吸油量が小さいと共に初期分散性に優れている酸化鉄粒子粉末を得ることを技術的課題とする。

## 【0015】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明により達成できる。

【0016】即ち、本発明は、粒子表面に非磁性酸化鉄

50

(3)

3  
微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が0.1~10重量%固着している面積平均径が0.1~1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子からなる酸化鉄粒子粉末及び面積平均径が0.1~1.0 $\mu$ mの粒状酸化鉄粒子粉末100重量部に対して、0.1~12重量部の非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性含水酸化鉄微粒子粉末を存在させ、ホイール型混練機またはらいかい機を用いて圧縮、せん断及びへらなですることにより、前記粒状酸化鉄粒子を得ることからなる酸化鉄粒子粉末の製造法である。

【0017】次に、本発明実施にあたっての諸条件について述べる。先ず、本発明に係る酸化鉄粒子粉末について述べる。

【0018】本発明に係る酸化鉄粒子粉末の粒子サイズは、面積平均径で0.1~1.0 $\mu$ mである。0.1 $\mu$ m未満では、塗料作成時あるいは樹脂との混練時に均一分散が困難となり、また、着色力が低下する。1.0 $\mu$ mを越える場合には、塗布膜の平滑性が低下し、着色力が低下するので好ましくない。着色力を考慮すれば、面積平均径で0.1~0.8 $\mu$ mが好ましい。

【0019】本発明に係る酸化鉄粒子粉末の粒子表面に固着している非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の固着量は、粒子粉末当たり0.1~10重量%である。0.1重量%未満の場合は、粒状酸化鉄粒子粉末の初期分散性を向上させることは困難である。また、10重量%を超える場合には、粒状酸化鉄粒子表面に固着されない非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が分散性を阻害することとなり好ましくない。

【0020】非磁性酸化鉄微粒子としては、粒状又は針状のヘマタイト( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)微粒子があり、非磁性含水酸化鉄微粒子としては、粒状、針状、紡錘状、板状等の各種形状のゲータイト、レピッドクロサイト、アカゲナイト等がある。非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子のサイズは、0.01~0.1 $\mu$ mが好ましく、より好ましくは、0.02~0.08 $\mu$ mである。

【0021】非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の大きさは、粒状酸化鉄粒子の粒子径を(a)とし、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が、粒状の場合の粒子径を(b)、針状(柱状)等の場合の長軸を(c)、短軸を(d)とした場合、以下の関係を満足するものが好ましく、

【0022】

$$1/100 \leq (b)/(a) \leq 1/3$$

$$1/100 \leq (c)/(a) \leq 1$$

$$1/100 \leq (d)/(a) \leq 1/3$$

$$1/100 \leq (d)/(c) < 1$$

【0023】より好ましくは

$$1/50 \leq (b)/(a) \leq 1/5$$

$$1/50 \leq (c)/(a) \leq 1/2$$

$$1/50 \leq (d)/(a) \leq 1/5$$

4

$$1/10 \leq (d)/(c) < 1$$

の範囲である。

【0024】(b)/(a) < 1/100の場合は、被処理粒子である粒状酸化鉄粒子粉末の分散性及び初期分散性を改良することが難しく、1/3 < (b)/(a)の場合は、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子を粒状酸化鉄粒子粉末に固着させることが困難となる。

【0025】(c)/(a) < 1/100の場合は、粒状酸化鉄粒子粉末の分散性及び初期分散性を改良することが難しく、1 < (c)/(a)の場合は、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子を粒状酸化鉄粒子粉末に固着させることが困難となるので好ましくない。

【0026】(d)/(a) < 1/100の場合は、粒状酸化鉄粒子粉末の分散性及び初期分散性を改良することが難しく、1/3 < (d)/(a)の場合は、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子を粒状酸化鉄粒子粉末に固着させることが困難となるので好ましくない。

【0027】(d)/(c) < 1/100の場合は、非磁性酸化鉄微粒子又は含水酸化鉄微粒子が固着処理中に折れやすく、微粉となり分散性を阻害する原因となるので好ましくない。

【0028】本発明に係る酸化鉄粒子粉末は、非磁性酸化鉄微粒子又は含水酸化鉄微粒子が粒子表面に押しつけられて強固に付着(以下、固着という。)しており、付着強度は50~100程度である。

【0029】次に、本発明に係る酸化鉄粒子粉末の製造法について述べる。

【0030】本発明における被処理粒子である粒状酸化鉄粒子粉末としては、ヘマタイト( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)粒子、マグネタイト(FeO<sub>x</sub>·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、0 < x ≤ 1)粒子、マグヘマイト( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)粒子を使用することができ、これらの中にCo、Ni、Zn、Ti、Mn、Al、Si、Mg等のFe以外の他の金属元素が含有されているものも使用できる。

【0031】これら酸化鉄粒子粉末の形状は、粒状粒子である。ここで粒状粒子とは、球状・多面体状・六面体状・八面体状などのほぼ等方形状を呈する粒子を言う。

【0032】本発明における被処理粒子である粒状マグネタイト粒子は、第一鉄塩水溶液とアルカリ水溶液とを用いて得られた水酸化第一鉄を含む懸濁液中に酸素含有ガスを通気して湿式酸化する方法やヘマタイト粒子又は含水酸化鉄粒子と水酸化第一鉄とをpH8以上、温度60℃以上で加熱する方法等により得ることができる。

【0033】粒状ヘマタイト粒子は、前記粒状マグネタイト粒子を空气中500~900℃の温度範囲で加熱して酸化する方法等により得ることができる。

【0034】粒状マグヘマイト粒子は、前記マグネタイト粒子を空气中200~500℃の温度範囲で加熱して

50

(4)

5

酸化する方法等を得ることができる。

【0035】本発明における非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の添加量は、粒状酸化鉄粒子粉末100重量部に対して、0.1～12重量部である。

0.1重量部未満の場合、12重量部を超える場合には、得られた酸化鉄粒子粉末の分散性向上が認められない。

【0036】本発明における非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子を粒状酸化鉄粒子粉末表面に固着させるためには、粒状酸化鉄粒子粉末と非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性含水酸化鉄微粒子粉末とをホイール型混練機又はらいかい機を用いて圧縮、せん断及びへらなですればよい。

【0037】ホイール型混練機としては、シンプソンミックスマラー、マルチミル、ストッツミル、逆流混練機、アイリッヒミル等が適用できるが、ウェットバンミル、メランジャ、ワールミックス及び速練機は、いずれも圧縮及びへらなで作用のみでせん断作用を有していないので適用できない。

【0038】ホイール型混練機で処理する場合の線荷重は、10～200kg/cmの範囲が好ましい。線荷重が10kg/cm未満の場合には、非磁性酸化鉄微粒子粉末を酸化鉄粒子へ固着させることが困難となり、200kg/cmを超える場合には、粒子が破壊されるので好ましくない。より好ましくは20～150kg/cmの範囲である。

【0039】ホイール型混練機で処理する場合の時間は、10～120分の範囲が好ましい。10分未満の場合には、非磁性酸化鉄微粒子粉末を酸化鉄粒子に固着させることが困難となり、120分を越えても固着処理は可能であるが工業的ではない。より好ましくは、20～90分の範囲である。

【0040】

【作用】まず、本発明において最も重要な点は、面積平均径が0.1～1.0μmの粒状酸化鉄粒子粉末100重量部に対して、0.1～12重量部の非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性含水酸化鉄微粒子粉末を存在させ、ホイール型混練機またはらいかい機を用いて圧縮、せん断及びへらなでした場合には、後出実施例に示す通り、吸油量が小さいと共に初期分散性が優れている酸化鉄粒子粉末を得ることができるという事実である。

【0041】この事実について本発明者は、次のように考えている。

【0042】本発明に係る酸化鉄粒子粉末が初期分散性に優れている理由については、走査型電子顕微鏡観察の結果、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が、適当な間隔において被処理粒子である粒状酸化鉄粒子の粒子表面に付着して凹凸を形成していると共に、該粒状酸化鉄粒子と同じ鉄化合物であるため、粒状酸化鉄粒子の粒子表面となじみやすいことに起因して強固に固

6

着されており、その結果、酸化鉄粒子相互の距離が常に懸隔した状態に保たれて、粒子相互の分子間力や磁気凝集力、付着力が弱まっているため、塗料、インク製造時に酸化鉄の凝集粒子がより速くほぐれて個々の粒子へと分散していきやすいためであると考えている。

【0043】本発明に係る酸化鉄粒子粉末が吸油量が小さい理由について、本発明者は、上述した通り、酸化鉄粒子粉末の凝集が小さいことから、酸化鉄粒子間にアマニ油が進入しやすく、その為少ないあまに油量で十分に酸化鉄粒子の粒子表面を濡らすことができることによるものと考えている。

【0044】本発明においては、非磁性酸化鉄微粒子粉末又は非磁性酸化鉄微粒子粉末の付着強度が50以上の酸化鉄粒子粉末を得ている。

【0045】本発明においては、殊に、マグネタイト粒子粉末の場合、吸油量が25ml/100g以下の酸化鉄粒子粉末を得ている。

【0046】本発明においては、初期分散性が1.3以上の酸化鉄粒子粉末を得ている。

【0047】着色力を示すL値は、酸化鉄粒子粉末の種類及び面積平均径により異なり、本発明に係る粒子粉末は、後出実施例及び比較例に示す通り、同一種類及び同一面積平均径の粒子粉末と比較した場合、着色力の高い酸化鉄粒子粉末を得ている。これは、例えば、実施例1と比較例1又は4、実施例7と比較例2又は5、実施例10と比較例3又は6で比較した場合、L値が5以上と小さい値を示していることから認められる。

【0048】

【実施例】次に、実施例及び比較例により、本発明を説明する。

【0049】尚、以下の実施例及び比較例における酸化鉄粒子の形状・大きさは、透過型電子顕微鏡及び走査型電子顕微鏡により観察したものである。

【0050】粒状酸化鉄粒子の粒子径は、投影径の中のMartin径（定方向に投影面積を2等分する線分の長さ）を用い面積平均径で表した。

【0051】比表面積の測定は、ユアサアイオニクス社製モノゾープを用い、BET1点法により求めた。

【0052】尚、カサ密度はJIS-K-5101の顔料試験法により測定し、タップ密度は、カサ密度測定後の酸化鉄粒子粉末10gを20ccのメスシリンダー中にロートを用いて静かに充填させ、次いで、25mmの高さから自然落下させる操作を600回繰り返した後、充填しているマグネタイト粒子粉末の量(cc)をメスシリンダーの目盛りから読み取り、この値を下式に挿入して算出した値で示した。

タップ密度(g/cc) = 10(g) / 容量(cc)

【0053】粒状酸化鉄粒子粉末の吸油量は、JIS-K-5101の顔料試験法により測定した。

【0054】粒状酸化鉄粒子粉末の初期分散性は、試料

(5)

7  
0.5gにヒマシ油0.5mlを加え、フーバーマラーにて1回転させた時の粒の大きさをグラインドゲージで測定する。この時の値を $\phi_1$ とする。次に、試料0.5gに、ひまし油0.5mlを加え、フーバーマラーにて5回転混練する操作を2回繰り返した後、グラインドゲージにて粒の大きさを測定する。この時の値を $\phi_{10}$ とする。 $\phi_1/\phi_{10}$ を初期分散性と定義した。

【0055】粒状酸化鉄粒子の粒子表面に固着している、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の量は下記のようにして、超音波洗浄処理前後の重量変化から、計算によって求めた。

【0056】① サンプル50gをイオン交換水中1l中に懸濁させ、超音波洗浄器にて60分処理する。

② 自然沈降法により非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子が懸濁している上澄み液を除去した。

③ 上澄み液を捨てた後、新たにイオン交換水を加えて1lとし、超音波洗浄器にて60分処理する。

④ この操作を5回繰り返した後、上澄み液をすて、残差を乾燥させた粉体を取り出す。

⑤ この時のサンプルの重量を量り、この値をX(g)とする。

$$Y = \{(50 - X) / 50\} \times 100$$

を非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の量Y(wt%)として求めた。

【0057】付着強度の測定は、下記に示す処理を行い計算によって求めた。サンプル50gをビーカーに入れ、1lのイオン交換水に懸濁させ、超音波洗浄器中で1分間処理した後、酸化鉄粒子粉末を沈降させ、次いで、上澄み液を除き、酸化鉄粒子粉末を濾別して固形分をイオン交換水で洗浄後、乾燥する。この時の重量をZとする。先に測定したXとZとをそれぞれ下記式に挿入して算出した。

$$\text{付着強度} = \{(Z - X) / (50 - X)\} \times 100$$

【0058】着色力の測定は、酸化鉄粒子粉末0.5g及びチタン白1.5gとヒマシ油1.5ccをフーバー式マラーで練ってペースト状とし、このペーストにクリアラッカー4.5gを加えて混練し塗料化して、ミラコート紙上に6mlのアプリケーターを用いて塗布することによって得た測色用試験片を、スガ試験(株)多光源分光測色計(MSC-IS-2D)を用いて測色して得られたL値(明度)で示した。L値が低い程、着色力が優れたものであり、分散性が良好であることを示す。

【0059】実施例1

粒子径0.20 $\mu\text{m}$ 、BET比表面積6.1 $\text{m}^2/\text{g}$ の粒状ヘマトイト粒子粉末10kgに対して、粒子径0.02 $\mu\text{m}$ の粒状ヘマトイト微粒子30gをシンプソン・ミックスマラーに添加混合して線荷重50 $\text{kg}/\text{cm}$ で30分間混合して、処理粉体を得た。走査型電子顕微鏡観察の結果、粒状ヘマトイト粒子の粒子表面に粒状ヘマトイト微粒子が適当な間隔をおいて付着されているのが認められた。得られた粒子粉末の諸特性を表2に示す。

【0060】実施例2～10、比較例1～6

被処理粒子粉末の種類、非磁性酸化鉄微粒子又は非磁性含水酸化鉄微粒子の種類及び処理量、固着処理条件を種々変化させた以外は、実施例1と同様にして処理済粒子粉末を得た。実施例2～10、比較例4～6で得られた酸化鉄粒子は、いずれも粒子表面に微粒子が適当な間隔をおいて付着されているのが認められた。

【0061】この時の主要製造条件を表1に、得られた粒子粉末の諸特性を表2に示す。

【0062】

【表1】

(6)

9

10

実施例 及び 比較例	基礎型粒子粉末				非遊性酸化鉄酸粒子又は非遊性含水酸化鉄酸粒子					処理条件		
	種 類	形 状	粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	BET 比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	種 類	形 状	大 き さ ( $\mu\text{m}$ )	処 理 量 (重量%)	機 器 名 ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	額 荷 重 ( $\text{kg}/\text{cm}$ )	作 動 時 間 ( $\text{min}$ )	
実施例 1	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.20	6.1	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.02	0.3	ツツリツ・ ツツリツ-5	50	30	
実施例 2	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.20	6.1	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.05	3.0	松本製造	60	20	
実施例 3	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.61	2.4	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.12 : 0.02	4.0		50	40	
実施例 4	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.61	2.4	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.15 : 0.03	1.5		50	30	
実施例 5	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	球状	0.25	6.5	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.05	2.5	松本製造	40	30	
実施例 6	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	八面体	0.48	3.5	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.15 : 0.03	0.5		50	30	
実施例 7	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	六面体	0.18	7.0	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.12 : 0.025	4.5		40	50	
実施例 8	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.28	4.3	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.05	2.5	松本製造	40	30	
実施例 9	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.65	2.7	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.15 : 0.03	0.5		50	30	
実施例 10	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.24	4.8	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.12 : 0.025	4.5		30	60	
比較例 1	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.20	6.1	—	—	—	0	ツツリツ・ ツツリツ-5	50	30	
比較例 2	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	六面体	0.18	7.0	—	—	—	0	松本製造	40	30	
比較例 3	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.24	4.8	—	—	—	0		30	50	
比較例 4	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.20	6.1	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.05	20		60	20	
比較例 5	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	六面体	0.18	7.0	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.20	2.5	ツツリツ・ ツツリツ-5	40	30	
比較例 6	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	粒状	0.24	4.8	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	針状	* 0.12 : 0.025	4.5		30	60	

\*は、長軸径：短軸径を示す。

【0063】

【表2】



(7)

11

12

実施例 及び 比較例	粒 状 酸 化 鉄 粒 子 粉 末 の 特 性								
	粒子径 ( $\mu\text{m}$ )	微粒子量 (wt%)	BET 比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	付着強度	$\rho_a$ ( $\text{g/cc}$ )	$\rho_t$ ( $\text{g/cc}$ )	吸油量 ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	初期 分散性	L 値
実施例 1	0.20	0.3	6.8	91	0.75	1.30	20.4	1.73	54.0
実施例 2	0.21	2.4	6.3	76	0.81	1.32	18.8	1.71	53.5
実施例 3	0.62	3.8	2.9	71	0.94	1.62	16.8	1.88	57.2
実施例 4	0.62	1.4	2.9	80	0.92	1.58	20.0	1.75	59.5
実施例 5	0.26	2.4	6.6	73	0.78	1.53	17.2	1.80	41.3
実施例 6	0.48	0.5	3.5	84	0.85	1.61	24.6	1.71	44.8
実施例 7	0.18	4.2	7.9	65	0.62	1.28	20.4	1.68	43.4
実施例 8	0.28	2.4	5.4	78	0.87	1.54	21.2	1.81	52.3
実施例 9	0.65	0.5	2.7	90	0.64	1.48	16.8	1.68	54.7
実施例 10	0.24	4.2	8.2	72	0.70	1.51	23.2	1.81	50.2
比較例 1	0.20	—	6.0	—	0.78	1.34	25.4	1.14	59.2
比較例 2	0.18	—	6.8	—	0.64	1.31	26.8	1.24	48.9
比較例 3	0.24	—	4.6	—	0.73	1.42	28.2	1.31	56.6
比較例 4	0.21	1.2	10.1	45	0.58	1.14	29.8	1.08	60.2
比較例 5	0.26	0.3	6.4	15	0.72	1.38	26.2	1.23	52.4
比較例 6	0.24	1.2	7.2	12	0.70	1.51	27.2	1.14	57.2

【0064】

【発明の効果】本発明に係る酸化鉄粒子粉末は、前出実施例に示した通り、吸油量が小さいと共に初期分散性に

優れているので、塗料用、インキ用、樹脂用着色顔料粉末として好適である。

フロントページの続き

(72) 発明者 好澤 実

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸  
田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 内田 直樹

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸  
田工業株式会社創造センター内

(72) 発明者 藤岡 和夫

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸  
田工業株式会社創造センター内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
【部門区分】第3部門第3区分  
【発行日】平成13年2月20日(2001. 2. 20)

【公開番号】特開平7-238233  
【公開日】平成7年9月12日(1995. 9. 12)  
【年通号数】公開特許公報7-2383  
【出願番号】特願平6-52996  
【国際特許分類第7版】  
C09C 3/06 PBS  
【FI】  
C09C 3/06 PBS

【手続補正書】  
【提出日】平成11年6月18日(1999. 6. 18)

【手続補正1】  
【補正対象書類名】明細書  
【補正対象項目名】0047  
【補正方法】変更  
【補正内容】

【0047】着色力を示すL値は、酸化鉄粒子粉末の種類及び面積平均径により異なり、本発明に係る粒子粉末は、後出実施例及び比較例に示す通り、同一種類及び同一面積平均径の粒子粉末で比較した場合、L値が小さく、着色力の高い酸化鉄粒子粉末を得ている。これは、例えば、実施例1と比較例1又は4、実施例7と比較例2又は5、実施例10と比較例3又は6で比較した場合、L値の差が5以上のひらきをもって優れた値を示し

ていることから認められる。

【手続補正2】  
【補正対象書類名】明細書  
【補正対象項目名】0054  
【補正方法】変更  
【補正内容】

【0054】粒状酸化鉄粒子粉末の初期分散性は、試料0.5gにヒマシ油0.5mlを加え、フーバーマーラーにて1回転させた時の粒の大きさをグラインドゲージで測定する。この時の値をφ1とする。次に、試料0.5gに、ひまし油0.5mlを加え、フーバーマーラーにて5回転混練する操作を2回繰り返した後、グラインドゲージにて粒の大きさを測定する。この時の値をφ10とする。φ1／φ10を初期分散性と定義した。この値が大きいものほど初期分散性が良いことを示す。